

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **62167235 A**

(43) Date of publication of application: **23.07.87**

(51) Int. Cl  
**C03B 37/012**  
**C03B 20/00**  
**// G02B 6/00**

(21) Application number: **61008876**

(22) Date of filing: **21.01.86**

(71) Applicant: **SUMITOMO ELECTRIC IND LTD**

(72) Inventor:  
**KANAMORI HIROO**  
**YOKOTA HIROSHI**  
**SUGANUMA HIROSHI**  
**TAKAGI MASAHIRO**  
**TANAKA GOTARO**

(54) **PRODUCTION OF BASE MATERIAL FOR OPTICAL FIBER**

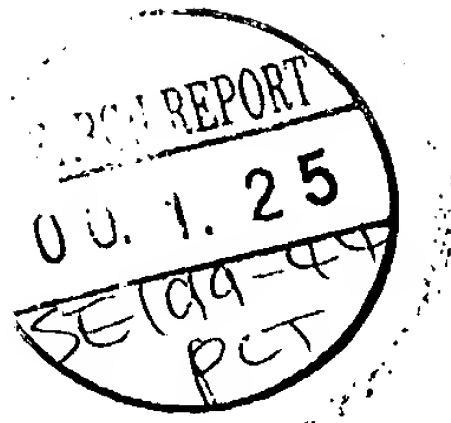
(57) Abstract:

**PURPOSE:** To obtain the titled base material with low loss by inserting a glass rod for a core into the glass tube for the first clad, integrating both materials on heating, chemically grinding the outer peripheral part with an HF soln., inserting the integrated material into a glass tube for the second clad, and integrating the materials on heating.

**CONSTITUTION:** The glass rod for a core is inserted into the glass tube for the first clad, and both materials

are integrated to make the first composite. Then the first composite is drawn, as required, the outer peripheral part is chemically ground with an HF soln., and an OH group-mixed layer generated by the heating with a burner is removed. Then the first composite is inserted into the glass tube for the second clad, and both materials are integrated to make the second composite consisting of the first clad part and the second clad part. Consequently, a dispersed shift single-mode fiber, etc., with low loss and having a thick-walled clad can be easily produced.

**COPYRIGHT:** (C)1987,JPO&Japio



1/7

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-167235

⑮ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)7月23日

C 03 B 37/012

A-8216-4G

20/00

7344-4G

// G 02 B 6/00

S-7370-2H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

⑭ 発明の名称 光ファイバ用母材の製造方法

⑰ 特 願 昭61-8876

⑱ 出 願 昭61(1986)1月21日

⑲ 発 明 者 金 森 弘 雄 横浜市戸塚区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

⑳ 発 明 者 横 田 弘 横浜市戸塚区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

㉑ 発 明 者 菅 沼 寛 横浜市戸塚区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

㉒ 発 明 者 高 城 政 浩 横浜市戸塚区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

㉓ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪市東区北浜5丁目15番地

㉔ 代 理 人 弁理士 内 田 明 外2名

最終頁に続く

### 明 細 書

#### 1 発明の名称

光ファイバ用母材の製造方法

#### 2 特許請求の範囲

(1) コア用ガラス棒を第1クラッド用ガラス管内に挿入し該コア用ガラス棒と該第1クラッド用ガラス管を加熱一体化することによりコアとコアを取り囲む第1クラッドからなる第1の複合体を作製し必要に応じて該第1の複合体を延伸したのち該第1の複合体の外周部をHF溶液にて化学研磨し、しかるのちに該第1の複合体を第2クラッド用ガラス管内に挿入し加熱一体化することによりコア部と第1クラッド部と第1クラッド部を取り囲む第2クラッド部からなる第2の複合体を作製する工程を有することを特徴とする光ファイバ用母材の製造方法。

(2) コア用ガラス棒がゲルマニウムを含む石英ガラス、第1クラッド用ガラス管及び第2クラッド用ガラス管が弗素を含む石英ガラスか

らなるものである特許請求範囲第(1)項記載の光ファイバ用母材の製造方法。

(3) コア用ガラス棒が、VAD法で作製したガラス棒を電気炉を用いて加熱し延伸したものである特許請求範囲第(1)項又は第(2)項に記載される光ファイバ用母材の製造方法。

(4) 第1クラッド用もしくは第2クラッド用ガラス管がVAD法で作製したガラス棒を超音波穿孔機でパイプ化し必要に応じて所定径に延伸したものである特許請求範囲第(1)ないし第(3)項のいずれかに記載される光ファイバ用母材の製造方法。

(5) 第1の複合体をHF溶液で化学研磨したのちプラズマ火炎により第1の複合体表面を平滑化する特許請求範囲第(1)ないし第(4)項のいずれかに記載される光ファイバ用母材の製造方法。

(6) コア用ガラス棒を挿入する前に第1クラッド用ガラス管内に少なくとも弗化物ガスを含むガスを流しつつ外部より第1クラッド用

ガラス管を加熱し第1クラッド用ガラス管内壁を平滑化する特許請求範囲第(1)ないし第(6)項のいずれかに記載される光ファイバ用母材の製造方法。

- (7) 第1の複合体を挿入する前に第2クラッド用ガラス管内部に少なくとも弗化物ガスを含むガスを流しつつ外部より第2クラッド用ガラス管を加熱し第2クラッド用ガラス管内壁を平滑化する特許請求範囲第(1)ないし第(7)項に記載される光ファイバ用母材の製造方法。

### 3. 発明の詳細な説明

#### 〔産業上の利用分野〕

本発明は光ファイバ用母材の製造方法に関し、特にシングルモード光ファイバ用母材の製造方法に関するものである。

#### 〔従来の技術〕

光ファイバ用母材、特に石英ガラス系光ファイバ用母材の製造方法として、従来よりコアとなる石英を主成分とするガラス棒を該コアより屈折率の低いクラッド部となる石英系ガラス管

有量を数10ppb程度に低減しておく必要がある。さらに、石英系光ファイバの最低損失波長域である1.55 $\mu\text{m}$ 付近に零分散をシフトさせたシングルモードファイバ(分散シフト・シングルモードファイバ)の場合は、クラッド部への光の電磁界分布のしみ出しがさらに大きくなり、コア径の8倍径以上に達するクラッド部までOH含有量を低減しておく必要がある。

#### 〔発明が解決しようとする問題点〕

ロッドインチューブ法を用いてシングルモード光ファイバ用母材を作製する際には、OH基が十分に低減されたコア用ガラス棒を、やはりOH基が十分に低減されたクラッド用ガラス管内部に挿入し、かつ、コア用ガラス棒とクラッド用ガラス管の間隙に残留する $\text{H}_2\text{O}$ 成分を極力低減した状態で加熱一体化を行う必要がある。

しかしながら、この際、酸・水素バーナーのように $\text{H}_2\text{O}$ 成分が多量に含まれる雰囲気をも有する加熱源を用いて、クラッド用ガラス管の外周部より加熱し一体化を行うと、クラッド用ガラ

ス管内部に挿入し、両者を加熱一体化して棒状の光ファイバ用母材とする、謂るロッドインチューブ法が知られている。この方法を用いて長距離通信の光ファイバ用母材を製造するためには、光が伝搬するコア部において光の損失の原因となるOH基を十分に低減させることが必要である。このため、コア用ガラス棒としては、VAD法などで作製された十分にOH基含有量を低減せしめた高純度なガラス棒が用いられる。さらに、シングルモード光ファイバの場合は、伝搬する光の電磁界分布がクラッド部まで広くしみ出しているため、コア部のみならず、クラッド部に含まれるOH基も十分に低減させる必要がある。

例えば、現在一般的に用いられている1.3 $\mu\text{m}$ 帯用シングルモードファイバの標準的な構造は、コア径7~9 $\mu\text{m}$ 、コアとクラッドの比屈折率差が0.25~0.30%であるが、この時、OH基による損失増加を十分に低く抑えるには、コア径の4~5倍径に達するクラッド部までOH含

有量を数10ppb程度に低減しておく必要がある。さらに、石英系光ファイバの最低損失波長域である1.55 $\mu\text{m}$ 付近に零分散をシフトさせたシングルモードファイバ(分散シフト・シングルモードファイバ)の場合は、クラッド部への光の電磁界分布のしみ出しがさらに大きくなり、コア径の8倍径以上に達するクラッド部までOH含有量を低減しておく必要がある。しかし、クラッド用ガラス管の肉厚が厚くなるに従いクラッド用ガラス管内部まで熱が伝わりにくくなり、一体化が困難になる。この為従来十分低損失なシングルモードファイバ特に分散シフト・シングルモードファイバをロッドインチューブ法を用いて作製することは困難であつた。

本発明は上記の困難を解決し、十分低損失なシングルモードファイバさらには分散シフトシングルモードファイバをもロッドインチューブ法にて作製できる新規な方法を提供せんとするものである。

#### 〔問題点を解決するための手段〕

本発明は上記問題点を解決するためにコア用ガラス棒を第1クラッド用ガラス管内に挿入一体化することによりコアとコアを取り囲む第1クラッドからなる第1の複合体を作製し、必要に応じて該第1の複合体を延伸したのち該第1の複合体の外周部をHF溶液にて化学研磨ししかるのちに該第1の複合体を第2クラッド用ガラス管内に挿入し加熱一体化することによりコア部と第1クラッド部と第1クラッド部を取り囲む第2クラッド部からなる第2の複合体を作製する工程を有することを特徴とする光ファイバ用母材の製造方法を提供する。

#### 〔作用〕

本発明は、OH基が十分に低減された十分に厚いクラッド層をコアの周囲に形成するにあたり、前述した肉厚の厚いクラッド用ガラス管内にコア用ガラス棒を挿入し加熱一体化する困難な方法に代り、加熱一体化の容易な比較的肉厚の薄い第1のクラッド用ガラス管内にコア用ガラス棒を挿入一体化し、コアとこれを取り囲む

大きく取る必要がある。この際、コアに屈折率を上げるための添加剤である $\text{GeO}_2$ を多く含有させると、レイリー散乱損失が増加し低損失化が困難となる。そこで、コアへの $\text{GeO}_2$ 添加量を低減し、クラッドに弗素を含有させクラッド部の屈折率を低下させることにより、コア・クラッド間の比屈折率差を大きく取ることが有効である。したがって、本発明においても、コア用ガラス棒として $\text{GeO}_2$ を含む石英ガラス、第1クラッド用ガラス管及び第2クラッド用ガラス管としてFを含む石英ガラス、を各々の材質とすることが有効であり好ましい。

また、コアやクラッド用ガラス管は当然OH基含有量の極めて少ないものが必要であるが、VAD法により作製されたガラス母材はOH基含有量を極めて低くできるので、VAD法を利用しコア用ガラス棒やクラッド用ガラス管を作製することが好ましい。VAD法では円柱状のガラス母材が作製できるので、これをコア用ガラス棒として、所定径に延伸する際にはOH基

第1クラッドを有する第1の複合体を形成したのち、加熱一体化の際にOH基が混入した第1の複合体外周部をHF溶液にて化学研磨することにより除去し、しかるのちに該第1の複合体を第2クラッド用ガラス管内に挿入し、加熱一体化することにより、コアと第1クラッド及び第1クラッドを取り囲む第2クラッドを有する第2の複合体を形成する方法を提供するものである。このようにすることにより、第1クラッド用ガラス管及び第2クラッド用ガラス管内のOH基含有量が十分低ければコアの周囲に十分に厚いOH基が低減されたクラッド層が形成できる。

本発明は、特にOH基含有量の十分低いクラッド層がより厚く必要とされる、分散シフト型シングルモードファイバ用母材の製造に用いて効果がより大きい。

ところで、分散シフト型シングルモードファイバでは、コアとクラッド間の比屈折率差を通常の1.3 $\mu\text{m}$ 帯シングルモードファイバより大

混入の恐れのない電気炉を用いて延伸することが好ましい。また、クラッド用ガラス管は、VAD法で作製した円柱状ガラス母材に超音波穿孔機を用いて穴をあけ、必要に応じて所定径に延伸することにより作製することができる。

さらに、第1の複合体外周部のOH基混入層を化学研磨により除去するには、母材サイズその他により、最適となるような濃度のHF溶液を用いて通常室温にて、～数10時間で行えばよい。またこの際に第1の複合体表面に多少凹凸が残る場合があるが、このような表面に凹凸を有する第1の複合体を、そのまま第2クラッド用パイプに挿入し加熱一体化すると、第1の複合体表面の凹凸が原因となり、第1の複合体と第2クラッドガラス管の界面に気泡が残ることがある。このような気泡は光ファイバの強度を弱める他光の損失特性にも悪影響を及ぼすことが考えられる。そこで気泡の発生防止の為に第1の複合体を化学研磨したのちプラズマ火炎などのOH汚染の恐れのない熱源で第1の複合

体表面を加熱し平滑化することが好ましい。また第1クラッド用ガラス管及び第2クラッド用ガラス管内壁に凹凸や傷がある場合にはやはり加熱一体化後、内部に挿したコア用ガラス棒や第1の複合体との界面に気泡が発生しやすい。これを防止するためには、第1クラッド用ガラス管及び第2クラッド用ガラス管内部に弗素化合物ガスを含むガスを流しつつ外部より加熱することによりガラス管内壁表面がエッチングされるとともに平滑化することができる。

#### [実施例]

以下図面を参照して本発明の実施例を説明するが、第1図ないし第5図の縦軸において屈折率1.459は純石英の屈折率であり、比屈折率差(%)は純石英の屈折率を基準とするものである。また各図の横軸は径方向の長さ(mm)をあらわす。

#### 実施例1

##### ① コア用ガラス棒の作製

VAD法により第2図に示す屈折率分布を有

する第1クラッドパイプの内径は約6mmとなつた。

##### ③ 第1の複合体の形成

①で作製したコア用ガラス棒を、②で作製した第1クラッド用ガラス管内に挿入し、外部より酸・水素バーナーで加熱しつつ両者を一体化させた。その結果、第4図に示す屈折率分布を有する外径19mmの第1の複合体が形成された。

##### ④ 第1の複合体の外周部の化学研磨

③で作製した第1の複合体を酸・水素バーナーにより加熱し外径11.1mmになるまで延伸した。この第1の複合体をHF25重量%溶液中に24時間浸し、外径9.5mmになるまで化学研磨することにより、第1の複合体の外周部の酸・水素バーナー加熱によるOH基混入層を完全に除去した。

##### ⑤ 第2クラッド用ガラス管の作製

②で用いたものと同様の弗素を含むSiO<sub>2</sub>ガラス母材の中央に直径12mmの穴を超音波穿孔機によりあけたのち酸・水素バーナー加熱により外径25mm内径6.7mmになるまで延伸した。

する直径30mmのGeO<sub>2</sub>を含むSiO<sub>2</sub>ガラス母材を得た。本母材に含有されるOH基量は同様に作製した母材をコアとするGI型ファイバの損失データより数ppbと推定された。該母材を1800℃の電気炉中に挿入し直径3.5mmに延伸し、コア用ガラス棒とした。

##### ② 第1クラッド用パイプの作製

VAD法により第3図に示す屈折率分布を有する直径45mmの弗素を含むSiO<sub>2</sub>ガラス母材を得た。本母材に含有されるOH基量は赤外分光光度計による測定では検出限界(0.5ppm)以下であつた。本母材の中央に直径8mmの穴を超音波穿孔機にてあけたのち、酸・水素バーナー加熱により外径20mm内径3.5mmになるまで延伸し、第1クラッド用ガラス管とした。さらに、該ガラス管内にSF<sub>6</sub>200cc/分、SOCl<sub>2</sub>ガス200cc/分、を流しつつ、外部より酸・水素バーナーにて加熱することにより、ガラス管内面をエッチングし平滑化するとともに、内面に付着しているH<sub>2</sub>O成分を除去した。この結

さらに本ガラス管内にSF<sub>6</sub>200cc/分、SOCl<sub>2</sub>200cc/分を流しつつ外部より酸・水素バーナーにより加熱しガラス管内面をエッチングしつつ平滑化するとともに、内面に付着しているH<sub>2</sub>O成分を除去した。この結果第1クラッドガラス管の内径は12mmとなつた。

##### ④ 第2の複合体の形成

④で化学研磨を施した第1の複合体(外径9.5mm)を⑤で作製した第2クラッド用ガラス管内に挿入し酸・水素バーナーにより外部より加熱することにより両者を一体化させた。その結果第5図に示す屈折率分布を有する外径23.8mmの第2の複合体が形成された。

##### ⑦ 線引用プリフォーム化及び線引後の特性

①~④により形成した第2の複合体外周部にガラス微粒子を堆積させたのちFを含む雰囲気中で焼結することにより第1図に示す屈折率分布を有する分散シフト型シングルモードファイバ用母材を得た。第1図においてAはコア、Bは第1クラッド、Cは第2クラッドをあらわし、



a、b、cは夫々A、B、Cの径方向長さで $b/a = 2.2$ であつた。該母材を所定径に延伸し線引用プリフォームとしたのち $125\mu\text{m}$ に線引し分散シフト型シングルモードファイバを得た。本ファイバのカットオフ波長は $0.98\mu\text{m}$ 、零分散波長は $1.54\mu\text{m}$ であつた。残留OH基による $1.38\mu\text{m}$ でのOH吸収ピークは $1.5\text{ dB/}\mu\text{m}$ 、 $1.55\mu\text{m}$ 帯での伝送損失は $0.25\text{ dB/}\mu\text{m}$ であり比較的 low 損失な分散シフト型シングルモードファイバを得ることができた。

#### 実施例2

実施例1の④において第1の複合体の化学研磨ののちさらに該第1の複合体表面をプラズマ火炎により加熱し平滑化を行つた。その他についてはすべて実施例1と同様にして、分散シフト型シングルモードファイバを得た。その結果、該ファイバの $1.38\mu\text{m}$ でのOH吸収ピークは $1.5\text{ dB/}\mu\text{m}$ と実施例1と同等であつたが $1.55\mu\text{m}$ での伝送損失は $0.22\text{ dB/}\mu\text{m}$ でありさらに低損失化が達成できた。これは、第1の複合体

熱ではクラッド用ガラス管が内部まで十分に加熱されず表面のみ加熱が進み、表面のガラスが蒸発していくだけで一体化ができなかつた。

#### 〔発明の効果〕

以上の説明および実施例・比較例の結果から明らかなように、本発明は従来のロッドインチューブ法では困難であつた、十分低損失なシングルモードファイバ、特にクラッドの肉厚の大きい分散シフトシングルモードファイバにおいても低損失なものを製造可能とした、優れた方法である。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図ないし第5図は、いずれも屈折率分布を示す図であつて、第1図は実施例1にて得られた本発明の分散シフト型シングルモードファイバ用母材、

第2図は実施例1のコア用ガラス棒作製に用いた $\text{GeO}_2$ を含む $\text{SiO}_2$ ガラス母材、

第3図は実施例1の第1クラッド用パイプ作製に用いた弗素を含む $\text{SiO}_2$ ガラス母材、

表面の平滑化によりプリフォーム内の微小気泡がなくなり、気泡に起因する構造不完全損失が低減できたものと考えられる。

#### 比較例1

実施例1の④において、第1の複合体の化学研磨を施さず $9.5\text{ mm}$ に延伸した以外はすべて実施例1と同様にして分散シフト型シングルモードファイバを作製した。その結果、 $1.38\mu\text{m}$ でのOH基による吸収ピークは $20\text{ dB/}\mu\text{m}$ あり、 $1.55\mu\text{m}$ 帯においても $0.32\text{ dB/}\mu\text{m}$ と十分低損失化がなされなかつた。この残留OH基は第1の複合体外周部の酸・水素バーナーの加熱によるOH混入層が原因と考えられる。

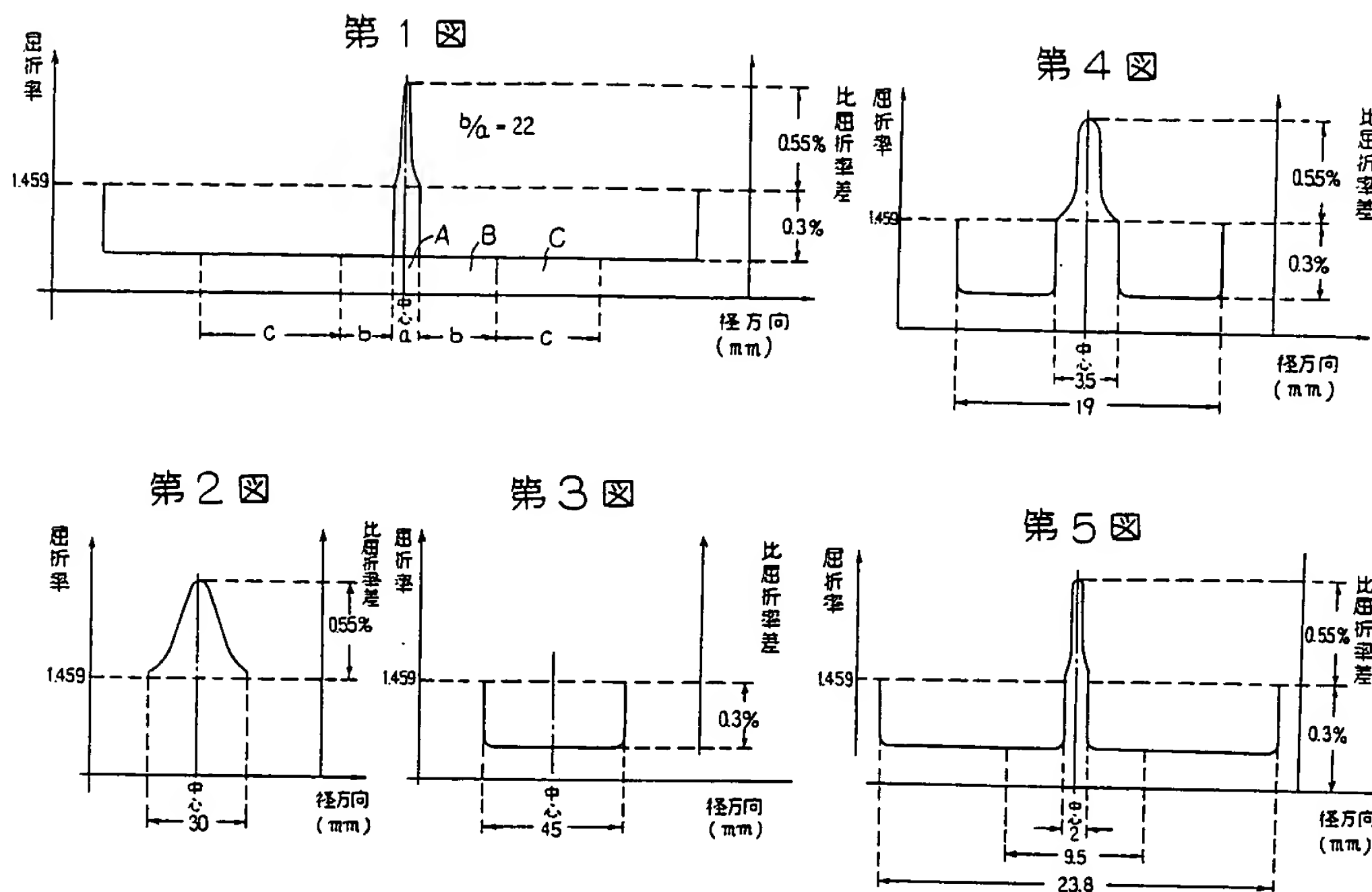
#### 比較例2

実施例1で作製したものと同一コア用ガラス棒を用い、クラッド用ガラスパイプとして外径 $32\text{ mm}$ 、内径 $5\text{ mm}$ の弗素を含有する石英ガラス管を用いて、両者を加熱一体化し、十分な厚さを有するクラッド層を1回の加熱一体化で形成しようと試みたが、酸・水素バーナーによる加

第4図は実施例1で作製した第1の複合体、  
第5図は実施例1で作製した第2の複合体、  
の屈折率分布を示す。

代理人	内 田 明
代理人	萩 原 亮 一
代理人	安 西 篤 夫

図面の浄書(内容に変更なし)



第1頁の続き

②発明者 田中 豪太郎 横浜市戸塚区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

手続補正書 (方式)

昭和61年4月1日

特許庁長官 宇賀道郎 殿

1. 事件の表示

昭和61年特許願第 8876号

2. 発明の名称 光ファイバ用母材の製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 大阪市東区北浜5丁目15番地

氏 名 (213) 住友電気工業株式会社

4. 代 理 人

住 所 東京都港区虎ノ門一丁目16番2号

虎ノ門千代田ビル 電話 (504) 1894番

氏 名 弁理士 (7179) 内 田 明

5. 補正命令の日付 昭和61年3月5日 (ほか2名)

(発送日:昭和61年3月25日)

6. 補正により増加する発明の数 ナシ

7. 補正の対象

図 面

8. 補正の内容

図面を別紙のとおり補正する。

9. 添付書類の目録

図 面

1 通

